

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001年8月30日 (30.08.2001)

PCT

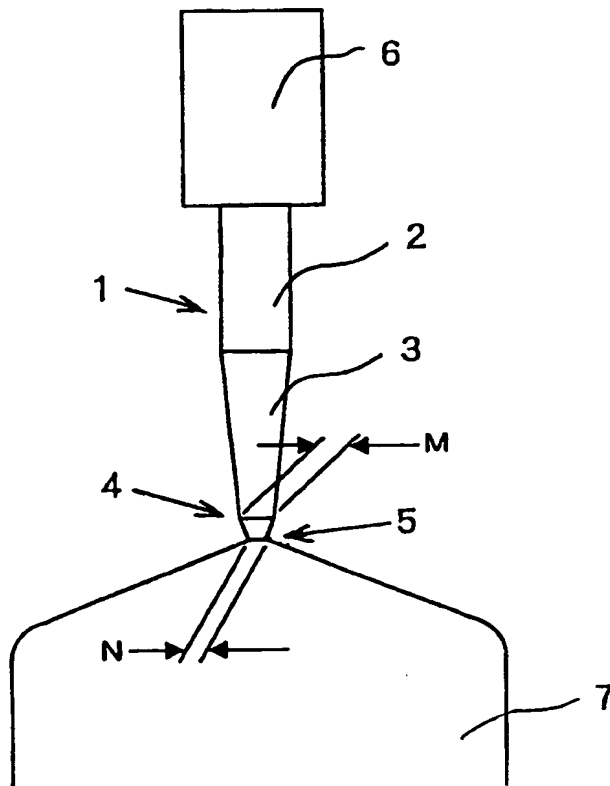
(10) 国際公開番号
WO 01/63026 A1

- (51) 国際特許分類: C30B 29/06, 15/00 (72) 発明者; および
(21) 国際出願番号: PCT/JP01/01224 (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 北川 幸司
(22) 国際出願日: 2001年2月21日 (21.02.2001) (KITAGAWA, Koji) [JP/JP]. 園川 将 (SONOKAWA, Susumu) [JP/JP]; 〒961-8061 福島県西白河郡西郷村
(25) 国際出願の言語: 日本語 大字小田倉 字大平150番地 信越半導体株式会社 半
(26) 国際公開の言語: 日本語 導体白河研究所内 Fukushima (JP).
(30) 優先権データ: 特願2000-49553 2000年2月25日 (25.02.2000) JP (74) 代理人: 好宮幹夫(YOSHIMIYA, Mikio); 〒111-0041
東京都台東区元浅草2丁目6番4号 上野三生ビル4F
Tokyo (JP).
(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越半 (81) 指定国 (国内): JP, KR, US.
導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.)
[JP/JP]; 〒100-0005 東京都千代田区丸の内1丁目4番2
号 Tokyo (JP). (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE,
DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING SILICON SINGLE CRYSTAL

(54) 発明の名称: シリコン単結晶の製造方法



(57) Abstract: A method for producing a silicon single crystal according to the CZ method, wherein use is made of a seed crystal (1) having a tip portion (3) of a pointed shape or a shape formed by cutting a pointed tip, wherein the tip of the seed crystal (1) is softly contacted with a melt, the seed crystal (1) is rendered to fall at a low rate or the surface of the melt is raised at a low rate, to thereby melt the tip portion (3) of the seed crystal so as for it to have a desired diameter (M), and then the seed crystal (1) is slowly pulled up or the surface of the melt is slowly lowered, and wherein a single crystal rod (7) is grown without carrying out necking operation, characterized in that after the seed crystal (1) is softly contacted with a melt, the seed crystal (1) is kept for five or more minutes, to thereby warm the seed crystal (1). The method allows significant improvement of the percentage of success in producing a silicon single crystal having no dislocation without necking, which leads to the production of a silicon single crystal having a great diameter and a high weight with safety, with good efficiency and at a reduced cost.

[続葉有]



添付公開書類：
— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(57) 要約:

本発明によれば、CZ法によるシリコン単結晶の製造方法であって、種結晶(1)のシリコン融液に接触させる先端部(3)の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状である種結晶(1)を使用し、種結晶(1)の先端を融液に静かに接触させた後、種結晶(1)を低速度で下降させるか、融液面を低速度で上昇させて種結晶先端部(3)が所望の太さ(M)となるまで熔融した後、種結晶(1)をゆっくりと上昇させるか、融液面をゆっくりと下降させ、ネッキングを行うことなく、単結晶棒(7)を育成する単結晶の製造方法において、種結晶(1)の先端を融液に静かに接触させた後、5分間以上種結晶(1)を保持して種結晶(1)を保温することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法が提供される。これにより、無転位化成功率を飛躍的に向上させ、大直径、高重量のシリコン単結晶を安全かつ効率よく低コストで製造する方法が提供される。

明 細 書

シリコン単結晶の製造方法

5 技術分野

本発明は、チョクラルスキー法（C z o c h r a l s k i Method, C Z 法）によるシリコン単結晶の製造方法に関する。

背景技術

- 10 従来、C Z 法によるシリコン単結晶の製造においては、単結晶シリコンを種結晶として用い、これをシリコン融液に接触させて種付けした後、回転させながらゆっくりと引上げることで単結晶棒を成長させている。この際、種結晶をシリコン融液に接触させた後に、熱衝撃により種結晶に高密度で発生するスリップ転位から伝播により生ずる転位を消滅させるために、直径を3mm程度に一旦細くして絞り部を形成するいわゆる種絞り（ネッキング）を行い、次いで、所望の口径になるまで結晶を太らせて、無転位のシリコン単結晶を引上げている。このような、種絞りはダッシュネッキング（D a s h N e c k i n g）法として広く知られており、C Z 法でシリコン単結晶棒を引上げる場合の常識とされている。
- 15

- すなわち、従来用いられてきた種結晶の形状は、例えば、直径あるいは一辺が約8～20mmの円柱状や角柱状の単結晶に種ホルダにセットするための切り欠き部を設けたもので、最初にシリコン融液に接触する下方の先端形状は、平坦面となっている。そして、高重量の単結晶棒の重量に耐えて安全に引上げるためには、種結晶の太さは、素材の強度からして上記以下に細くすることは難しい。
- 20

- このような形状の種結晶では、融液と接触する先端の熱容量が大きいために、種結晶が融液に接触した瞬間に結晶内に急激な温度差を生じ、スリップ転位を高密度に発生させる。従って、このスリップ転位を消去して単結晶を育成するために前記ネッキングが必要になるのである。
- 25

しかし、このような状態ではネッキング条件を種々に選択しても、無転位化するためには、少なくとも最小直径を3～5mm程度にまで絞り込む必要があり、

近年のシリコン単結晶径の大口径化に伴い、高重量化した単結晶棒を支持するには強度が不十分であり、単結晶棒引上げ中に、この細い絞り部が破断して単結晶棒が落下する等の問題が生じる恐れがあった。例えば、直径 5 mm の絞りであれば、安全率をみて 250 kg 程度の結晶を引上げるのが限度とされており、大直径の結晶を効率良く生産するのは困難である。

このような問題を解決するために、特開平 4-104988 号公報、特開平 4-139092 号公報等の発明が提案されている。これらの発明は、種結晶の先端部の形状をテーパ状とすることで、融液と接触する種結晶先端部の熱容量を小さくして、種結晶が融液に接触した瞬間に発生するスリップ転位を非常に少なくすることで、事実上ネッキングフリーの結晶成長を実現するものである。

これらの方法では、ネッキング工程を短縮でき、ネック部の直径を大きくすることができるので、単結晶棒引上げ中にネック部が破断して単結晶棒が落下する等の問題を回避することができる。

このような先端部が特殊形状の種結晶を用いた種付け方法で問題となるのは、その無転位化成功率である。

すなわち、これらの方法では、一度種結晶の無転位化に失敗すると、ダッシュネッキング法により種絞りを行うか、種結晶を新しいものに交換してやり直さなければならないため、工業的に広く実施するには、無転位化成功率を向上させることが特に重要である。

しかしながら、上記の提案には十分な再現性が得られるだけの詳細な種付け条件は示されておらず、無転位化成功率は必ずしも満足し得るものではなかった。

発明の開示

そこで、本発明はこのような従来の問題点に鑑みてなされたもので、ネッキングを行わない種付け法において、無転位化成功率を飛躍的に向上させ、大直径、高重量のシリコン単結晶を安全かつ効率よく製造する方法を提供することを目的とする。

上記課題を解決するため、本発明に係るシリコン単結晶の製造方法は、チョコレート法によるシリコン単結晶の製造方法であって、種結晶のシリコン融液

に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状である種結晶を使用し、まず該種結晶の先端をシリコン融液に静かに接触させた後、該種結晶を低速度で下降させるか、あるいはシリコン融液面を低速度で上昇させることによって種結晶先端部が所望の太さとなるまで溶融し、その後、該種結晶をゆっくりと上昇させるか、あるいはシリコン融液面をゆっくりと下降させ、ネッキングを行うことなく、シリコン単結晶棒を育成するシリコン単結晶の製造方法において、該種結晶の先端をシリコン融液に静かに接触させた時点で、5分間以上種結晶を保持することによって、該種結晶を保温することを特徴とするものである。

10 このように、種結晶の先端をシリコン融液に静かに接触させた後、5分間以上種結晶を保持することによって、種結晶を保温すれば、種結晶の温度が十分に上昇するので、その後の溶融工程においてスリップ転位が発生する確率を低減し、無転位化成功率を飛躍的に向上させ、大直径、高重量のシリコン単結晶を安全かつ効率よく製造することができる。

15 さらに、本発明に係るシリコン単結晶の製造方法は、チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法であって、種結晶のシリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状である種結晶を使用し、まず、該種結晶の先端をシリコン融液に静かに接触させた後、該種結晶を低速度で下降させるか、あるいはシリコン融液面を低速度で上昇させることによって種結晶先端部が所望の太さとなるまで溶融し、その後、該種結晶をゆっくりと上昇させるか、あるいはシリコン融液面をゆっくりと下降させ、ネッキングを行うことなく、シリコン単結晶棒を育成するシリコン単結晶の製造方法において、
20 該種結晶の先端をシリコン融液に静かに接触させ、種結晶先端部を5 mm以下の長さ溶融した後、5分間以上種結晶を保持することによって該種結晶を保温することを特徴としている。
25

このように、種結晶先端部をシリコン融液に静かに接触させた後、種結晶先端部を5 mm以下の長さを溶融した後、5分間以上種結晶を保持すれば、種結晶先端部の温度をシリコン融液表面の温度とほぼ等しくすることができ、また、先端部が尖った形状を使用しているので、種結晶先端部を溶融しても、その長さが5

mm以下であれば、シリコン融液に接触した瞬間に熔融されるため、スリップ転位が発生することはないことがわかった。

これらの場合、前記種結晶先端部を所望の太さまで熔融し、その後、該種結晶をゆっくりと上昇させるか、あるいはシリコン融液面をゆっくりと下降させて単結晶棒を成長させる工程において、少なくとも種結晶先端部を所望の太さまで熔融を完了した位置から3mmの区間内で結晶の直径を熔融完了時の直径よりも0.3mm以上2mm以下縮径させた後、拡径を行うことが好ましい。

このように、種結晶をゆっくりと上昇させるか、シリコン融液面をゆっくりと下降させて単結晶棒を成長させる工程の、少なくとも種結晶先端部を所望の太さまで熔融を完了した位置から3mmの区間内で、単結晶の直径を熔融完了時の直径よりも0.3mm以上2mm以下縮径させた後、拡径をおこなうようにシリコン融液の温度を調整すれば、該種結晶を熔融する工程で、種結晶先端部が速やかに熔融される温度となっているので、スリップ転位が発生させることなく所望の直径まで該種結晶を熔融することができる。

これは、大直径高重量結晶を製造するためには、ルツボ内のシリコン融液量も高重量となって熱容量が大きくなり、シリコン融液の温度を短時間で低下させることはできない。従って、熔融完了後直ちに拡径を行うためには種結晶を熔融する工程でシリコン融液温度を下げ始める必要があるが、シリコン融液の温度が十分に高くない状態では、種結晶先端が融液表面で速やかに熔融されなくなり、固体の状態でシリコン融液中に沈み込んでしまい、スリップ転位が発生してしまうからである。上記の方法でスリップ転位が発生させることなく十分な直径まで熔融を行えば、その後の拡径工程で、熔融完了から3mmの区間内で0.3mm以上2mm以下縮径した後にも、十分な直径を確保することができ、大直径高重量結晶を製造するのに強度が不足することはない。

さらに、これらの場合、種結晶を低速度で下降させるか、あるいはシリコン融液面を低速度で上昇させて、種結晶先端部を所望の太さとなるまで熔融する速度を、1分間あたりに熔融する種結晶先端部の体積が 50 mm^3 以下となるように、連続的もしくはステップ状に種結晶の下降速度またはシリコン融液面の上昇速度を定めることができる。

スリップ転位を発生させることなく種結晶先端部を溶融するためには、種結晶先端部がメルト表面で速やかに溶融し、固体の状態でシリコン融液中に沈み込まないようにすればよいが、単に種結晶先端部を溶融するスピードを低速にすることで調整すると、溶融にかかる時間が長時間となり、生産性が悪化する上に、種

5 結晶先端部と接触するシリコン融液の温度変動によりスリップ転位が発生してしまう恐れもある。

加えてこれらの場合、シリコン融液を収容するルツボ中のメルト表面に 1 0 0 0 G 以上の水平磁場を印加することが好ましい。

シリコン融液を収容するルツボ中のメルト表面に 1 0 0 0 G 以上の水平磁場を

10 印加すれば、シリコン融液の対流が抑制され、融液の温度変動によってスリップ転位が発生することを回避することができるので無転位化成功率を大きく向上させることができる。

以上説明したように本発明によれば、ネッキングすることなく種付けする無転位種付け法において、高い無転位化成功率を挙げることができ、従来法に比べて

15 極めて高生産性、高歩留り、低コストで、高重量の無転位シリコン単結晶を製造することが可能となる。

図面の簡単な説明

図 1 は、本発明の無転位種付け法を示す説明図である。

20

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の実施の形態を説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

図 1 に、本発明のネッキングを行うことなく単結晶を成長させる方法で成長させた単結晶の種結晶付近の拡大図を示す。

25

本発明者等は、前記特開平 4 - 1 3 9 0 9 2 号公報等で提案されている方法により、ネッキングフリーで単結晶成長を行おうとすると、その無転位化成功率やその再現性が充分満足し得る水準に達していない場合があり、その原因を調査、究明したところ、スリップ転位の発生原因として、種結晶を溶融する前の種結晶

の保温方法、種結晶を溶融する速度と溶融に要する時間等が深く関係していることを見出し、詳細に条件を見極めて本発明を完成させた。

特開平4-139092号公報等で提案されている方法では、「種結晶のテーバ先端部をシリコン融液に浸漬する前に、融液直上において5分間以上保持して
5 テーバ先端部を融点付近の温度まで加熱してからテーバ先端部を融液に浸漬する」とされているが、現在広く一般的に用いられているワイヤによる種結晶上下機構、あるいはシャフトによる種結晶上下機構のいずれを用いた場合にも、種結晶先端の位置を正確に定めることは非常に困難である。

一方、シリコン融液面直上の雰囲気温度は、炉内を保温している黒鉛部品の構成にもよるが、融液表面から50mm上までの範囲で約 $1^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 、融液表面から20mm上までの範囲では $2^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 程度の温度勾配となっている。このため、融液直上での種結晶保持位置がずれた場合には、保温時の種結晶先端温度が低温化し、無転位化成功率が著しく低下するのではないかと考えた。また、湯面上での保温では、種結晶が一度も融液に接触していないため、熱伝導による保温がなく、
15 十分に種結晶が高温化していないことが予測される。

そこで、先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状である種結晶としては、特開平10-324594号公報に開示されている形状の種結晶が使用可能であり、この種結晶を用いて次の試験を行った。

直径150mmの単結晶を引上げるのに際し、シリコン種結晶として、シリコン種結晶直胴部の一辺が15mmの四角棒で、シリコン種結晶先端部を15度に円錐状にテーバ加工し、フッ酸と硝酸の混酸により表面を $200\mu\text{m}$ 以上エッチングしたものを使用して、種結晶ホルダにセットし、種結晶先端をシリコン融液に接触させたのち、直ちに種結晶をシリコン融液上から引上げて、種結晶を長さ方向に平行にスライスしてX線トポグラフにより転位の有無を観察した。種結晶
20 を融液に接触させる操作は、先ず上記シリコン種結晶をシリコン融液面から約20cm上の位置まで $300\text{mm}/\text{min}$ の速度で降下させ、その位置から下は $5\text{mm}/\text{min}$ の速度で降下させて行った。種結晶がシリコン融液に接触した位置は、種結晶とシリコン融液との間に交流電流を印加して、導通を検知することによって行った。

このようにして10本の種結晶を用いて調査したところ、スリップ転位が発生しているものは1本もなく、先端部が尖った形状の種結晶を使用した場合には、湯面上で停止することによって保温をしなくても、種結晶を融液表面に接触させるだけでは、スリップ転位は発生しないことを発見した。また尖った先端を切り
5 取った形状の種結晶についても調査を行ったところ、同様の結果が得られた。

この際、種結晶先端部はシリコン融液に接触して速やかに溶解するため、種結晶の降下を停止させた後に、シリコン融液と接触し続けることはなく、直ちに種結晶先端部とシリコン融液は離れた状態となった。このため、種結晶先端部がシリコン融液に接触した位置からさらに種結晶を降下させる距離（種結晶を浸漬した長さ）を、0.5 mmから10 mmまで0.5 mmずつ振って実験を行い、種
10 結晶先端部とシリコン融液の接触状態を観察した結果、種結晶先端部がシリコン融液に接触してから融液に浸漬する距離を5.5 mm以上としたものでは、全て種結晶の降下停止後も種結晶先端部とシリコン融液が接触し続ける状態となった。そして、これらの種結晶を上記と同様の方法でスライス後、X線トポグラフによりスリップ転位を観察したところ、種結晶先端部がシリコン融液に接触してから浸漬した距離が5.0 mm以下のものにはいずれも転位が観察されず、5.5 m
15 m以上のものは全てにおいて転位が観察された。

上記の結果をもとに、無転位で種付けを行うための要因を抽出し、無転位化条件を確立すべく調査、実験を繰り返した。

調査した要因は、表1に示したように、種結晶をシリコン融液に接触させる前に種結晶を保温する際の、種結晶先端とシリコン融液表面との距離（A）またはシリコン種結晶先端部とシリコン融液を接触させた後、さらに種結晶先端部を溶解する第一段階の種結晶溶解工程の溶解長さ（B）、種結晶をシリコン融液に接触させる前に種結晶を保温する際、または第一段階の種結晶溶解工程後に溶解を
20 停止して種結晶を保温する際の保温時間（C）、種結晶保温完了後の種結晶先端溶解工程での種結晶を溶解する速度（D）、種結晶溶解完了後、種結晶を上げる工程において、溶解完了後の種結晶先端直径Mと所望の直径まで拡径するまでの区間での最小径N（以下、縮径後の直径ともいう）との差（E、縮径幅ともいう）、無転位種付けを行う際に、シリコン融液を収容するルツボ中のメルト表面
25

に印加される磁場強度（F）である。

なお、この時の磁場強度（F）は、ルツボ中のシリコン融液に水平磁場を印加した際、種結晶先端部とメルト表面が接する境界面に生じる磁場強度の値を示したものである。

- 5 このようにして引上げられるシリコン単結晶の成長中の種結晶の状態を図1に示した。

シリコン種結晶1として、シリコン種結晶直胴部2の一辺が15mmの四角棒で、シリコン種結晶先端部3が15度になるように円錐状にテーパ加工し、フッ酸と硝酸の混酸により表面を200 μ m以上エッチングしたものを使用して、種
10 結晶ホルダ6に装着し、直径150mmの単結晶棒7を成長させて無転位化の成功率を調査した。

無転位で種付けを行う操作は、先ず上記シリコン種結晶1を5mm/minの速度でシリコン融液に近づけて、シリコン種結晶先端とシリコン融液表面の距離がAmmの位置で種結晶を保持してC分間保温を行うか、あるいはこの操作を行
15 わずシリコン種結晶を5mm/minの速度でそのままシリコン融液に近づけてシリコン種結晶先端をシリコン融液表面に接触させ、さらに種結晶先端部をBmm溶融した後（Bは0mmもあり得る）、溶融を停止してC分間保温を行う。次いでDmm³/minの速度で種結晶先端部を溶融する。その後、種結晶を引上げ、0.1～1.5mm/minの速度で単結晶を成長させる工程において、溶
20 融完了時の溶融完了部4の直径MからEmm縮径させた後（縮径後の縮径部5の直径N）、拡径して単結晶棒を所定の単結晶成長速度で引上げるものである。なお、実験では種結晶の溶融完了部4の直径Mを8mmとした。

そしてこの際、シリコン融液を収容するルツボ中のメルト表面と種結晶が接する境界面での磁場強度がFガウスとなるように水平磁場を印加した。

- 25 このようにして引上げられたシリコン単結晶の成長における結晶の無転位化成功率を表1に示した。ここで、無転位化成功率とは、単結晶棒の引上本数に対する転位の発生のなかった単結晶棒本数の割合を百分率で表した値である。

(表 1)

項 目 試験 No	種結晶を保温 する湯面上の 距離 A (mm)	初段階での種 結晶先端部溶 融長さ B (mm)	種結晶の 保温時間 C (分)	種結晶の 溶融速度 D (mm ² /min)	縮径幅 E (mm)	磁場強度 F (G, ガウス)	無転位化率 (%)
1	5.0	—	10	50	0.9	3000	5
2	1.0	—	10	50	1.2	3000	10
3	—	0	10	50	1.1	3000	50
4	—	3	10	50	1.2	3000	60
5	—	5	20	50	1.1	3000	80
6	—	3	5	50	0.3	3000	70
7	—	3	20	50	0.0	3000	40
8	—	3	20	80	0.6	3000	10
9	—	3	0	50	0.7	3000	20
10	—	3	20	150	0.6	3000	0
11	—	5	10	30	1.1	3000	85
12	—	5	10	50	0.9	3000	90
13	—	5	10	60	0.9	3000	50
14	—	5	10	50	1.0	1000	70
15	—	5	10	50	1.1	0	50
16	—	8	10	50	1.0	3000	0

この表から A～F の種付け要因と無転位化成功率との間には次のような関係があることが明らかになった。

(1) シリコン種結晶先端を溶かし込む前のシリコン種結晶先端とシリコン融液表面の距離 A は、極力小さいことが好ましいが、融液面上での保温では無転位化成功率の向上が望めない。すなわち、この距離が大きくなると湯面直上の温度勾配のために種結晶先端部の温度が十分に高温とならず、融液との温度差が解消されないため、溶かし込み工程でスリップ転位が発生する確率が大幅に増加してしまうからであると思われる。

これに対して、種結晶先端部をシリコン融液表面に接触させた位置で保温を行うことがさらに好ましい。先端が尖った形状の種結晶を使用しているので、先端部を融液に接触させても、先端部が直ちに溶融してスリップ転位を発生させることはなく、種結晶の温度を十分に高温にすることができるので、この保温に続く

種結晶熔融工程でスリップ転位が発生する確率を低下させることが可能となる。

このことは、従来行われていた融液面に種結晶を接触させる前の種結晶の予熱を行わなくても良いことを意味し、本発明においては、このような種結晶を融液に接触させる前の予熱工程を廃止して、工程の迅速化をはかることもできる。

- 5 (2) シリコン種結晶先端部をシリコンメルト表面に接触させ、さらに種結晶先端部を熔融する長さBは、5 mm以下とするのが好ましい。また、その位置で種結晶を保温・保持する時間Cは5分間以上とすることが好ましい。このようにすることで種結晶先端部は十分に高温となり、この保温に続く種結晶先端部熔融工程でスリップ転位が発生する確率を大幅に低下させることができる。

- 10 但し、種結晶の保持時間を必要以上に長くとっても得られる効果に大きな差はなく、保持時間は長くても30分程度が適当である。種結晶を融液に接触させた後、5分以上60分以下の範囲で保持すれば、生産性を低下させることなく効率良く単結晶を製造することができる。

- (3) シリコン種結晶先端部を所望の直径となるまで熔融した後、単結晶棒を
15 成長させる工程の少なくとも種結晶先端部の熔融完了後から3 mmの区間内で、結晶の直径を熔融完了時の直径から縮径するその縮径幅Eを0.3 mm以上2.0 mm以下の範囲とすることが好ましい。種結晶先端部を所望の直径まで熔融した後、直ちに拡径を行うためには、種結晶熔融完了時にシリコン融液温度を融点近くまで低下させる必要があるが、シリコン融液は熱容量が大きいため短時間に
20 温度を低下させることは難しい。

- しかしながら、シリコン融液温度が融点近くの温度である場合には、種結晶を熔融する工程で、種結晶先端部が速やかに熔融せず、固体のままシリコン融液中に沈み込んで種結晶にスリップ転位が発生してしまう。このスリップ転位の発生を回避して種結晶先端部を熔融するためには、種結晶熔融時にシリコン融液の表面付近の温度をシリコンの融点よりも高温としておく必要がある。結果として、
25 種結晶先端部の熔融完了から引上げに反転する初期段階で結晶が縮径成長することになる。

この縮径の際の適切な温度を温度計等で単結晶成長炉外部から再現性良く測定することは非常に困難であるが、本発明では、種結晶先端部の熔融完了位置から

拡径部までの単結晶棒の形状により、最適温度を判断できることを発見した。

すなわち、単結晶棒の縮径幅 E が種結晶先端部溶融完了位置から 3 mm の区間で 0.3 mm 以上縮径するように、種結晶先端部溶融開始時のシリコン融液温度を調整すれば、溶融中にスリップ転位が発生することを殆ど排除することが可能である。しかし、縮径の幅を極端に大きくすると、高重量の単結晶を引上げる際には、種結晶先端部の溶融完了時の直径を極端に大きくする必要があり、結果として種結晶の溶かし込み量が増え、スリップ転位が発生させる確立が高まるため、2.0 mm 程度以下とすることが好ましい。

(4) シリコン種結晶先端部を融液に溶かし込む操作において、溶かし込み時の速度 D は、1 分間あたりに溶融する種結晶先端部の体積が 50 mm^3 以下となるように、連続的もしくはステップ状に種結晶の下降速度またはシリコン融液面上昇速度を定めることができる。

スリップ転位が発生させることなく、シリコン種結晶先端部を融液に溶かし込むためには、種結晶先端部が、融液表面で速やかに溶融し、固体の状態で融液中に沈み込まないことが重要である。ただし、そのために単に溶融速度を低速とした場合には、種結晶先端部が固体の状態で融液中に沈み込むことは回避できるが、溶融にかかる時間が長時間となり、生産性が下がってコストが上がるし、種結晶先端部と接触する融液の温度変動によりスリップ転位が発生することもある。このため、シリコン種結晶先端部を融液に溶かし込む操作は、極力短時間であることが重要であり、1 分間あたりに溶融する種結晶先端部の体積として、 50 mm^3 以下で無転位化成功率が高くなっている。しかし、溶融速度が遅くなり過ぎた場合は、生産性の悪化や、融液の温度変動を受けてスリップ転位が入り易くなるので溶融速度 D は、 $20 \text{ mm}^3/\text{min}$ 以上とするのが良い。

(5) スリップ転位が発生させることなく、シリコン種結晶を融液に溶かし込むためには、シリコン融液を収容するルツボ中のメルト表面と種結晶が接する境界面での磁場強度 F が 1000 ガウス以上となるように水平磁場を印加することが好ましい。シリコン融液に磁場を印加することにより、融液の熱対流、特に種結晶周囲の対流が抑制され、融液表面近傍温度の経時変化が著しく軽減される。

前述したように、スリップ転位が発生させることなく、シリコン種結晶を融液

に溶かし込むためには種結晶先端部が、融液表面で速やかに熔融し、固体の状態で融液中に沈み込まないようにすることが重要であり、このためにシリコン融液温度を高温にし、シリコン種結晶を溶かし込むスピードをある程度低速とすることが必要である。この場合、種結晶先端部と接触する融液の温度変動によりスリッ

5 ップ転位が発生する問題があるが、シリコン融液を収容するルツボ中のメルト表面での磁場強度 F が 1000 ガウス以上となるように水平磁場を印加することにより、融液の熱対流、特に種結晶周囲の対流が抑制され、融液表面近傍温度の経時変化が著しく軽減されるので、種結晶先端部を熔融する際にスリッ転位が発生する確率を著しく低減することが可能となる。

10 なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

例えば、上記実施形態においては、直径 6 インチ (150 mm) のシリコン単

15 結晶を育成する場合につき例を挙げて説明したが、本発明はこれには限定されず、種結晶のシリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り取った形状である種結晶を使用し、本発明の種付け条件を適用して種付けし、単結晶を引上げるのであれば、直径 8 ~ 16 インチあるいはそれ以上のシリコン単結晶にも適用することができる。

20 また、シリコン融液に印加する磁場も水平磁場を印加する場合を例に挙げたが、本発明はこれに限定するものではなく、シリコン融液の対流を抑制する効果をもつ縦磁場、カスプ磁場を印加する場合にも適用できることは言うまでもない。

請 求 の 範 囲

1. チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法であって、種結晶のシリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り
5 取った形状である種結晶を使用し、先ず、該種結晶の先端をシリコン融液に静かに接触させた後、該種結晶を低速度で下降させるか、あるいはシリコン融液面を低速度で上昇させることによって種結晶先端部が所望の太さとなるまで溶融し、その後、該種結晶をゆっくりと上昇させるか、あるいはシリコン融液面をゆっくりと下降させ、ネッキングを行うことなく、シリコン単結晶棒を育成するシリ
10 コン単結晶の製造方法において、該種結晶の先端をシリコン融液に静かに接触させた後、5分間以上種結晶を保持することによって該種結晶を保温することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

2. チョクラルスキー法によるシリコン単結晶の製造方法であって、種結晶のシリコン融液に接触させる先端部の形状が、尖った形状または尖った先端を切り
15 取った形状である種結晶を使用し、先ず、該種結晶の先端をシリコン融液に静かに接触させ、該種結晶を低速度で下降させるか、あるいはシリコン融液面を低速度で上昇させることによって種結晶先端部が所望の太さとなるまで溶融し、その後、該種結晶をゆっくりと上昇させるか、あるいはシリコン融液面をゆっくりと
20 下降させ、ネッキングを行うことなく、シリコン単結晶棒を育成するシリコン単結晶の製造方法において、該種結晶の先端をシリコン融液に静かに接触させ、種結晶先端部を5mm以下の長さ溶融した後、5分間以上種結晶を保持することによって該種結晶を保温することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

25 3. 請求項1または請求項2に記載したシリコン単結晶の製造方法であって、前記種結晶先端部を所望の太さまで溶融し、その後、該種結晶をゆっくりと上昇させるか、あるいはシリコン融液面をゆっくりと下降させて単結晶棒を成長させる工程において、少なくとも種結晶先端部を所望の太さまで溶融を完了した位置から3mmの区間内で結晶の直径を溶融完了時の直径よりも0.3mm以上2mm

m以下縮径させた後、拡径を行うことを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

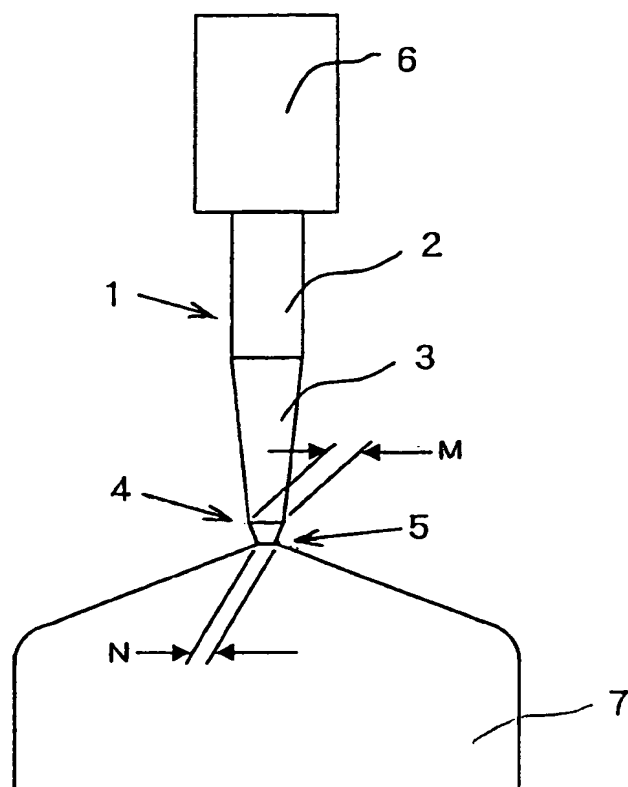
4. 前記種結晶を低速度で下降させるか、あるいはシリコン融液面を低速度で上昇させて、種結晶先端部を所望の太さとなるまで溶融する速度を、1分間当たり

5 りに溶融する種結晶先端部の体積が 50 mm^3 以下となるように、連続的もしくはステップ状に種結晶の下降速度またはシリコン融液面の上昇速度を定めることを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法。

10 5. 請求項1ないし請求項4のいずれか1項に記載したシリコン単結晶の製造方法において、シリコン融液を収容するルツボ中のメルト表面に 1000 G 以上の水平磁場を印加することを特徴とするシリコン単結晶の製造方法。

1 / 1

図 1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/01224

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl.⁷ C30B29/06, 15/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl.⁷ C30B1/00-35/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP, 949359, A1 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO. LTD.), 13 October, 1999 (13.10.99), Par. Nos. [0023] to [0028], [0042]; Table 1; Fig. 1 & JP, 11-292688, A & US, 6174363, A	1-5
A	WO, 99/07922, A1 (MEMC ELECTRONIC MATERIALS INC.), 18 February, 1999 (18.02.99) & US, 5885344, A	1-5

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
23 April, 2001 (23.04.01)

Date of mailing of the international search report
01 May, 2001 (01.05.01)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JPO1/01224

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
Int. Cl. C30B29/06, 15/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))
Int. Cl. C30B1/00-35/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの
 日本国実用新案公報 1926-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2001年
 日本国登録実用新案公報 1994-2001年
 日本国実用新案登録公報 1996-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	EP, 949359, A1 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO. LTD.), 13.10月.1999 (13.10.99), [0023]-[0028], [0042], Table 1, Fig. 1 & JP, 11-292688, A & US, 6174363, A	1-5
A	WO, 99/07922, A1 (MEMC ELECTRONIC MATERIALS INC.), 18.2月.1999, (18.02.99) & US, 5885344, A	1-5

☐ C欄の続きにも文献が列举されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献
 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

23.04.01

国際調査報告の発送日

01.05.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
郵便番号 100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)
五十 棲 毅

4G 9440

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.